

PAT-NO: JP411315366A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 11315366 A

TITLE: PRODUCTION OF RAMP MAGNETIC MATERIAL

PUBN-DATE: November 16, 1999

INVENTOR-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
YAMAJI, TSUNEHIO	N/A
KASAI, KATSUJI	N/A
NINOMIYA, HIRONORI	N/A
NAMIKAWA, MISAO	N/A

INT-CL (IPC): C23C010/08, H01F027/25

ABSTRACT:

PROBLEM TO BE SOLVED: To control high-frequency magnetic characteristics and residual magnetization characteristics without variations in a longitudinal direction by subjecting a steel sheet to a siliconization treatment to form an Si concn. gradient in a thickness direction, then controlling the production conditions in the siliconization treatment furnace stage in accordance with iron loss values measured under different magnetization conditions.

SOLUTION: After the steel sheet is heated in a heating furnace 1, the steel sheet is passed through a siliconization treatment furnace 2 and is subjected to a siliconization treatment at about 1200°C in a nonoxidizing atmosphere contg. a reactive Si compd., such as SiCl<sub>4</sub> to diffuse the Si from the steel sheet surface. The steel sheet is then treated in a diffusion treatment furnace 3 to form the desired Si concn. gradient in the thickness direction. Insulating films are thereafter formed on both surfaces of the steel sheet by an insulating film applying device 12 and a drying and baking device 13 to improve and stabilize the iron loss. The iron loss is measured at  $\leq 1$  kHz and  $\geq 5$  T with, for example, a first iron loss meter 5a and at  $\geq 5$  to  $\leq 0.5$  T with a second iron loss meter 5b on the outlet side of a cooling furnace 4 in the post stage of the production process for this ramp magnetic material and the control of the production conditions is executed via arithmetic and logic units 9 to 11 and controller 6 to 8 in accordance with the measured values.

COPYRIGHT: (C)1999,JPO

(11)特許出願公開番号

(43)公開日 平成11年(1999)11月16日

**B**

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 鋼板を反応性Si化合物を含む無酸化性ガス雰囲気中で珪浸処理して鋼板の板厚方向にSi濃度勾配を有する傾斜磁性材料を連続して製造する工程と、この工程の後段に鉄損計を配置して、少なくとも2種類の異なる励磁条件で鉄損を測定する工程と、これらの測定値に基づいて珪浸処理工程での製造条件を制御する工程とを備えたSi濃度勾配を有する傾斜磁性材料の製造方法。

【請求項2】 少なくとも2種類の異なる励磁条件は、周波数及び／又は磁束密度が異なる励磁条件である請求項1に記載のSi濃度勾配を有する傾斜磁性材料の製造方法。

【請求項3】 少なくとも2台の鉄損計を設置し、第1の鉄損計の測定周波数条件が1kHz以下で、かつ測定磁束密度が0.5T以上、第2の鉄損計の測定周波数条件が5kHz以上で、かつ測定磁束密度が0.5T以下である請求項2に記載のSi濃度勾配を有する傾斜磁性材料の製造方法。

【請求項4】 1台の鉄損計を設置し、この鉄損計の測定周波数条件が5kHz以上の高周波領域で、かつ測定磁束密度が0.3T以下の低磁束密度である請求項1に記載のSi濃度勾配を有する傾斜磁性材料の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、高周波磁気特性に優れ、残留磁束密度の低い傾斜磁性材料、特に、高珪素鋼板（鋼帯）の製造方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】浸珪法等で高珪素鋼帯を製造する場合、そのSi含有量を制御することは鋼帯の長手方向の品質管理において重要な項目である。従来、鋼板のSi濃度を連続的に測定する方法としては鋼板の電気抵抗を測定し、これをSi濃度に換算する方法がある。しかし、この測定方法は、鋼板板厚方向のSi濃度を平均した値を測定してしまうため、板厚方向にSi濃度分布が存在し、かつそのSi濃度分布が高周波磁気特性及び残留磁束密度に影響を与えてしまう傾斜磁性材料においては、上記の電気抵抗測定法では品質管理が不可能である。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、上記事情に鑑みてなされたもので、その目的とするところは、異なる励磁条件下で鉄損値を測定し、これら測定値に基づいて珪浸処理工程での製造条件を制御することにより、傾斜磁性材料の高周波磁気特性及び残留磁化特性を長手方向でバラツキなく制御することができる傾斜磁性材料の製造方法を提供するものである。

## 【0004】

【課題を解決するための手段】（1） 鋼板を反応性Si化合物を含む無酸化性ガス雰囲気中で珪浸処理して鋼

板の板厚方向にSi濃度勾配を有する傾斜磁性材料を連続して製造する工程と、この工程の後段に鉄損計を配置して、少なくとも2種類の異なる励磁条件で鉄損を測定する工程と、これらの測定値に基づいて珪浸処理工程での製造条件を制御する工程とを備えたSi濃度勾配を有する傾斜磁性材料の製造方法。

【0005】（2） 少なくとも2種類の異なる励磁条件は、周波数及び／又は磁束密度が異なる励磁条件である（1）に記載のSi濃度勾配を有する傾斜磁性材料の製造方法。

【0006】（3） 少なくとも2台の鉄損計を設置し、第1の鉄損計の測定周波数条件が1kHz以下で、かつ測定磁束密度が0.5T以上、第2の鉄損計の測定周波数条件が5kHz以上で、かつ測定磁束密度が0.5T以下である（2）に記載のSi濃度勾配を有する傾斜磁性材料の製造方法。

【0007】（4） 1台の鉄損計を設置し、この鉄損計の測定周波数条件が5kHz以上の高周波領域で、かつ測定磁束密度が0.3T以下の低磁束密度である

（1）に記載のSi濃度勾配を有する傾斜磁性材料の製造方法。

## 【0008】

【発明の実施の形態】以下、本発明を図面を参照して詳細に説明する。図1に示す装置は、鋼板の脱脂装置（図示せず）と、脱脂された鋼板を加熱する加熱炉1と、この鋼板を反応性Si化合物を含む無酸化性ガス雰囲気中で珪浸処理する浸珪処理炉2と、拡散処理炉3と、冷却炉4と、絶縁皮膜塗布装置12、乾燥・焼付装置13とを順に配置している。更に、冷却炉4と絶縁皮膜塗布装置12の入側との間に鉄損値を測定するための鉄損計5a、5bを配置している。鉄損計5a、5bからの出力信号は、演算器9、10、11に入力しており、演算器9からの制御信号は、上面SiCl<sub>2</sub>供給流量調整装置6へ、演算器10からの制御信号は、下面SiCl<sub>2</sub>供給流量調整装置7へ、演算器11からの制御信号は、均熱炉ヒータ調整装置8に出力するようになっている。

【0009】次に図1の装置の作用を説明する。鋼板は、例えば、図2に示すように、加熱炉1で1200℃まで加熱される。次いで浸珪炉2で反応性Si化合物（特に、SiCl<sub>4</sub>）を含む無酸化性ガス雰囲気中で1200℃で加熱処理されてSiが鋼板表面から拡散される。次いで、拡散処理炉4で所望のSi濃度勾配となる条件下で拡散処理される。その後鋼板両表面は、絶縁皮膜塗布装置12で絶縁皮膜塗布され、乾燥・焼付装置13で加熱乾燥されて、鉄損の改善と安定化が図られる。

【0010】冷却炉4の出側に設けられた鉄損計5a、5bは、それぞれ異なる励磁条件で鉄損を測定するものである。すなわち、本発明に係るSi濃度勾配を有する鋼板を、測定周波数条件が例えば1kHz以下の鉄損計で測定すると、この条件ではヒステリシス損が支配的であ

るため、均一なSi濃度の鋼板よりも鉄損が高くなる。他方、測定周波数条件が例えば5kHz以上の鉄損計で測定すると、この条件では渦電流損が支配的であるため、均一なSi濃度の鋼板よりも鉄損が低くなる。また、ある高周波励磁の場合に、低磁束密度領域では磁束が表層の高Si部に集中するが、高磁束密度領域では鋼板内部まで磁束が流れる。このため、本発明に係るSi濃度勾配を有する鋼板は、低磁束密度領域では均一なSi濃度の鋼板よりも低鉄損特性を示し、高磁束密度領域では逆に均一なSi濃度の鋼板よりも高鉄損特性を示す。これらの知見に基づけば、同一磁束密度で周波数の異なる2条件の鉄損及び／又は同一周波数で磁束密度の異なる2条件の鉄損を測定することにより、本発明で対しようとしているSi濃度勾配を有する鋼板のSi濃度勾配を求めることができる。この例では、第1の鉄損計5aは、測定周波数条件が400Hz以下、測定磁束密度が0.5T以上、第2の鉄損計5bは、5kHz以上、0.5T以下とするのがよい。鉄損計5a、5bからの測定値は、演算器9、10、11に入力される。演算器9では、鉄損計5aから $\Delta Si$ （表層Si濃度と中心部のSi濃度との差）を求め、残留磁束密度を求める。また、鉄損計5a、5bから $\Delta Si$ と表層Siを求め、高\*

\*周波低鉄損を得る条件を求める。これから演算器9、10が所定の値、例えば鉄損計5aが10W/kg超え、演算器10が所定の値、例えば鉄損計5bが8W/kg未満となるようにSiCl<sub>4</sub>流量を制御しながら、本発明に係る傾斜磁性材料を製造する。鉄損計5a、5bの値から演算器11を通して拡散処理温度を均熱炉ヒータ調整器8で制御し、 $\Delta Si$ の最適化を図る。

【0011】

【実施例】（実施例1）連続浸珪ラインの炉出側、コータとの間に、10kHz、0.1Tでの鉄損を測定する連続鉄損計を設置した。0.3mm、3%Si鋼板に浸珪処理し、連続的に鉄存置を測定した。

【0012】浸珪処理炉の温度は、1200℃、均熱温度は、1150、1000、900℃の3ゾーンに分けて設置した。ライン速度は10m/min一定とし、SiCl<sub>4</sub>流量を徐々に挙げ、鋼板板厚方向のSi分布を変化させ、鉄損値を測定した。表1に作成した試料のEPM Aによる板厚方向Si分布調査結果を示す。また、表1に連続鉄損計及びエプスタイン測定値を示す。表1の表層Si値には蛍光X線分析値を用いた。

【0013】

【表1】

表層Si % (蛍光X線)	連続鉄損計	エプスタイン測定値 (W/kg)
4.2	28.3	27.5
5.6	25.6	25.9
6.3	20.6	20.4
7.2	24.9	25.4

高周波鉄損は、表層Si量：6.5%付近で最小値を示す。上記結果は、表層Si量の変化に伴う材料の鉄損変化を良好に捉えており、連続製造を行う上で本条件での鉄損測定が有効であることが分かる。板中央部でのSi量は、何れも3%であった。

【0014】ライン速度やヒートパターンを固定することにより、 $\Delta Si$ 量分布がある程度予測できる場合には、高周波鉄損のみのオンライン測定で所定の製品を製造できる。

（実施例2）ライン速度とヒートパターン及びSiCl<sub>4</sub>\*

30※流量を変化させ、0.1mm、3%珪素鋼板に浸珪処理し、連続的に鉄損値をオンラインで測定し、下記条件にて製品製造を行った。

【0015】炉出側に2台の鉄損計を配置し、1台の鉄損計は400Hz、1.0T(A)、もう1台の鉄損計は10kHz、0.1T(B)の条件で測定した。 BATCHの試料とオンラインで製造した試料の評価結果を表2に示す。

【0016】

【表2】

	(A)	(B)	Br12/DC	$\Delta Si$	平均Si	表層Si
均一な6.5%	5.7	8.3	1.11	0	6.5	6.5
試料 1	10.6	7.1	0.50	2.2	5.4	6.5
試料 2	11.8	8.5	0.48	2.8	5.2	7.2
試料 3	8.3	9.1	0.72	1.5	4.2	5.6
試料 4 (オンライン)	10.2	7.8	0.52	2.1	5.3	6.3

【0017】表2から、残留磁束密度は、 $\Delta Si$ と相関があり、W10/400の鉄損が大幅に増加する結果となって現れる。 $\Delta Si$ と表層Siの値は、W1/10k ★50

★の鉄損と相関があり表層Siが6.5%に近く、 $\Delta Si$ の値が大きく、すなわちW10/400がある程度大きいことが、均一な材料より高周波低鉄損材を得る条件と

いえる。

【0018】(A)での測定値が $10\text{W/kg}$ を超え、  
(B)での測定値が $8\text{W/kg}$ 未満となるようにオンライン測定しながら製造した試料4は、目的の材料が得られている。

【0019】

【発明の効果】以上に様々、本発明によれば、板厚方向に所望のSi濃度勾配を有する傾斜磁性材料を連続的にかつ再現性よく製造することができる製造装置を提供することができる。

【図面の簡単な説明】

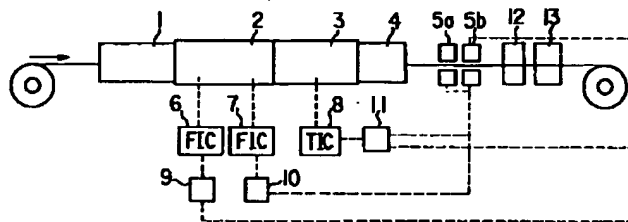
【図1】本発明に係る板厚方向にSi濃度勾配を有する傾斜磁性材料の製造装置の一例を示す概略説明図。

【図2】この装置の炉温パターンの一例を示す図。

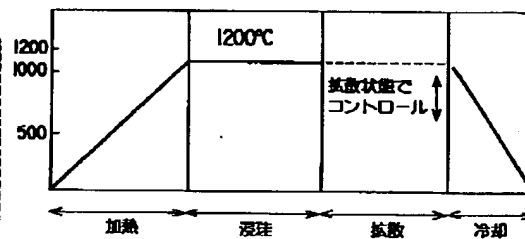
【符号の説明】

- 1...加熱炉,
- 2...浸珪処理炉,
- 3...拡散処理炉,
- 4...冷却炉,
- 5...蛍光エックス線装置,
- 5a...第1の鉄損計,
- 5b...第2の鉄損計,
- 6...上面 $\text{SiCl}_4$ 供給流量装置,
- 7...下面 $\text{SiCl}_4$ 供給流量装置,
- 8...均熱炉ヒータ調整装置,
- 9~11...演算器。

【図1】



【図2】



フロントページの続き

(72)発明者 浪川 操

東京都千代田区丸の内一丁目1番2号 日  
本鋼管株式会社内